



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 196 16 362 A 1

⑯ Int. Cl. 8:
C 07 D 239/52
C 07 D 239/69
A 01 N 43/54
A 01 N 47/36

DE 196 16 362 A 1

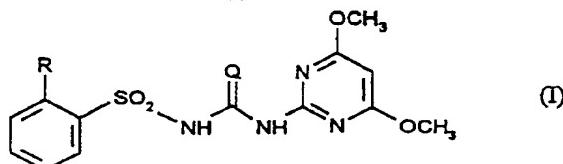
⑯ Aktenzeichen: 196 16 362.5
⑯ Anmeldetag: 24. 4. 96
⑯ Offenlegungstag: 30. 10. 97

⑯ Anmelder:
Bayer AG, 51373 Leverkusen, DE

⑯ Erfinder:
Riebel, Hans-Jochem, Dr., 42113 Wuppertal, DE;
Drewes, Mark Wilhelm, Dr., 40764 Langenfeld, DE;
Findeisen, Kurt, Prof. Dr., 51375 Leverkusen, DE;
Gesing, Ernst R.F., Dr., 40699 Erkrath-Hochdahl, DE;
Jansen, Johannes R., Dr., 40789 Monheim, DE;
Kirsten, Rolf, Dr., 40789 Monheim, DE; Kluth,
Joachim, Dr., 40784 Langenfeld, DE; Müller,
Klaus-Helmut, Dr., 40593 Düsseldorf, DE; Philipp,
Ulrich, Dr., 51065 Köln, DE; Dollinger, Markus, Dr.,
51381 Leverkusen, DE

⑯ N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-(thio)harnstoffe

⑯ Die Erfindung betrifft neue N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-(thio)harnstoffe der Formel (I),



in welcher
Q für Sauerstoff oder Schwefel steht und
R für Ethyl, n-Propyl oder i-Propyl steht,
sowie Salze von Verbindungen der Formel (I), ferner Verfahren zur Herstellung der neuen Stoffe und deren Verwendung als Herbizide.

DE 196 16 362 A 1

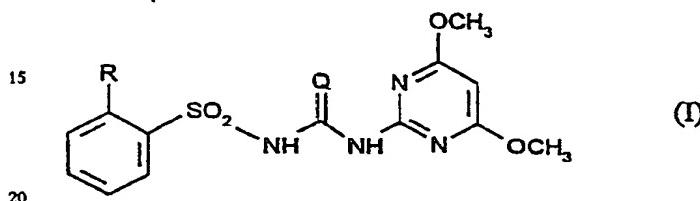
Beschreibung

Die Erfindung betrifft neue N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-(thio)harnstoffe, ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als Herbizide.

Es ist bekannt, daß eine Reihe von N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-azinyl-(thio)harnstoffen herbizide Eigen-schaften aufweisen (vgl. US 4127405, US 4563211, EP 001514, EP 023140, EP 057546, EP 073562, EP 084020, EP 084224, EP 094260, EP 117014, EP 125864, EP 126711, EP 161905, EP 164269, EP 165653, DE 31 05 453, WO 93/17001). Diese Verbindungen haben jedoch keine besondere Bedeutung erlangt.

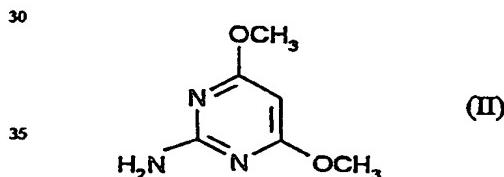
Es wurden nun neue N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-(thio)harnstoffe der Formel

10 (I),

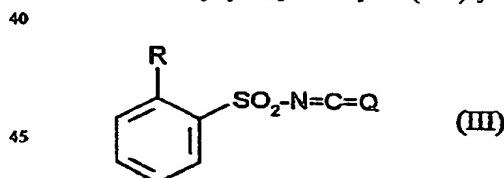


in welcher
Q für Sauerstoff oder Schwefel steht und
R für Ethyl, n-Propyl oder i-Propyl steht,
25 sowie Salze von Verbindungen der Formel (I) gefunden.
Man erhält die neuen Verbindungen der Formel (I), wenn man

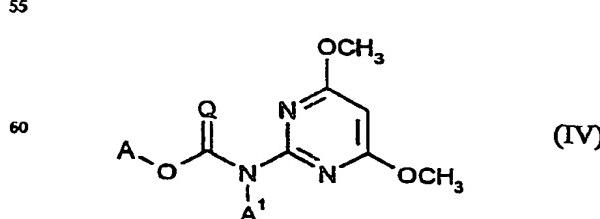
(a) 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin der Formel (II)



mit 2-Alkyl-phenylsulfonyl-iso(thio)cyanaten der allgemeinen Formel (III)

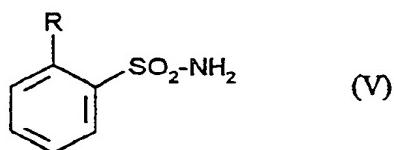


50 in welcher
Q und R die oben angegebene Bedeutung haben,
gegebenenfalls in Gegenwart eines Reaktionshilfsmittels und gegebenenfalls in Gegenwart eines Verdün-nungsmittels umsetzt,
oder wenn man
(b) substituierte Aminopyrimidine der allgemeinen Formel (IV)



65 in welcher
Q die oben angegebene Bedeutung hat,
A für Alkyl, Aryl oder Arylalkyl steht und

A¹ für Wasserstoff oder die Gruppierung —C(Q)—O—A steht,
mit 2-Alkyl-benzolsulfonamiden der allgemeinen Formel (V)

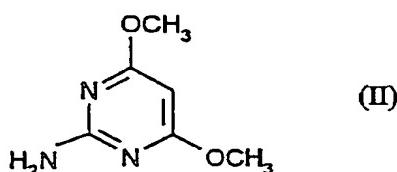


5

10

in welcher
R die oben angegebene Bedeutung hat,
gegebenenfalls in Gegenwart von Reaktionshilfsmitteln und/oder Verdünnungsmitteln umsetzt,
oder wenn man
(c) 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin der Formel (II)

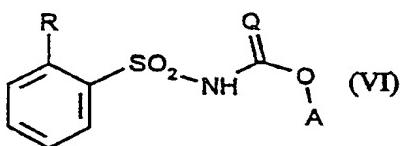
15



20

25

mit substituierten 2-Alkyl-benzolsulfonamiden der allgemeinen Formel (VI)



30

35

in welcher A, Q und R die oben angegebene Bedeutung haben,

gegebenenfalls in Gegenwart eines Reaktionshilfsmittels und gegebenenfalls in Gegenwart eines Verdünnungsmittels umsetzt,
und gegebenenfalls die nach den Verfahren (a), (b) und (c) erhaltenen Verbindungen der Formel (I) nach üblichen Methoden in Salze überführt.

40

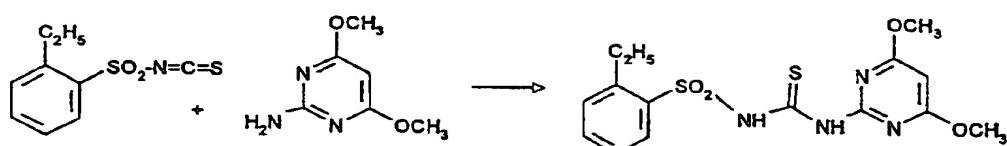
Die neuen N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-(thio)-harnstoffe der Formel (I) zeichnen sich durch starke und selektive herbizide Wirksamkeit aus.

45

Gegenstand der Erfindung sind vorzugsweise auch Lithium-, Natrium-, Kalium-, Magnesium-, Calcium-, Ammonium-, C₁—C₄-Alkyl-ammonium-, Di-(C₁—C₄-alkyl)-ammonium-, Tri-(C₁—C₄-alkyl)-ammonium-, Tetra-(C₁—C₄-alkyl)-ammonium-, Tri-(C₁—C₄-alkyl)-sulfonium-, C₅- oder C₆-Cycloalkyl-ammonium- und Di-(C₁—C₂-alkyl)-benzyl-ammonium-Salze von Verbindungen der Formel (I).

50

Verwendet man beispielsweise 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin und 2-Ethylphenylsulfonyl-isothiocyanat als Ausgangsstoffe, so kann der Reaktionsablauf beim erfindungsgemäßen Verfahren (a) durch das folgende Formelschema skizziert werden:

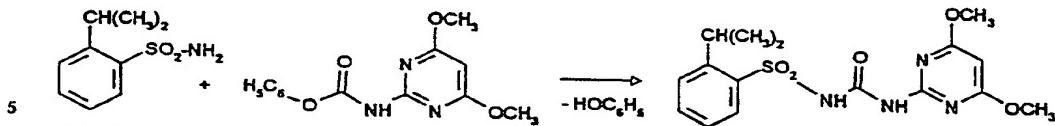


55

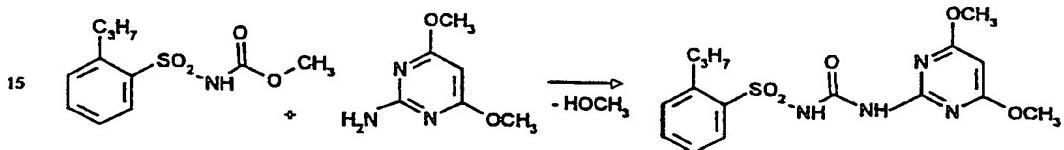
60

Verwendet man beispielsweise 2-i-Propyl-benzolsulfonamid und 4,6-Dimethoxy-2-phenoxy carbonylamino-pyrimidin als Ausgangsstoffe, so kann der Reaktionsablauf beim erfindungsgemäßen Verfahren (b) durch das folgende Formelschema skizziert werden:

65



10 Verwendet man beispielsweise N-Methoxycarbonyl-2-n-propyl-benzolsulfonamid und 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin als Ausgangsstoffe, so kann der Reaktionsablauf beim erfindungsgemäßen Verfahren (c) durch das folgende Formelschema skizziert werden:



20 Das bei den erfindungsgemäßen Verfahren (a) und (c) als Ausgangsverbindung zu verwendende 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin der Formel (II) ist aus der Literatur bekannt (vgl. J. Chem. Soc. 1946, 81; J. Am. Chem. Soc. 69 (1947), 3072).

25 Die beim erfindungsgemäßen Verfahren (a) weiter als Ausgangsstoffe zu verwendenden 2-Alkyl-phenylsulfonilo(iso)cyanate der Formel (III) sind bekannt und/oder können nach an sich bekannten Verfahren hergestellt werden (vgl. Chem. Ber. 124 (1991), 1997 – 2000).

30 Die beim erfindungsgemäßen Verfahren (b) als Ausgangsstoffe zu verwendenden substituierten Aminopyrimidine sind durch die Formel (IV) allgemein definiert. In der Formel (IV) steht Q für Sauerstoff oder Schwefel, A für C₁–C₄-Alkyl, Phenyl oder Benzyl, insbesondere für Methyl, Ethyl oder Phenyl, und A' für Wasserstoff oder die Gruppierung –C(Q)–O–A, wobei A vorzugsweise bzw. insbesondere die oben angegebene Bedeutung hat.

35 Die Ausgangsstoffe der Formel (IV) sind bekannt und/oder können nach an sich bekannten Verfahren hergestellt werden (vgl. J. Heterocycl. Chem. 27 (1990), 807 – 810).

40 Die beim erfindungsgemäßen Verfahren (b) weiter als Ausgangsstoffe zu verwendenden 2-Alkyl-benzolsulfonamide der Formel (V) sind bekannt und/oder können nach an sich bekannten Verfahren hergestellt werden (vgl. Chem. Ber. 124 (1991), 1997 – 2000).

45 Die beim erfindungsgemäßen Verfahren (c) als Ausgangsstoffe zu verwendenden substituierten 2-Alkylbenzolsulfonamide sind durch die Formel (VI) allgemein definiert. In der Formel (VI) haben Q und R die oben angegebene Bedeutung und A steht vorzugsweise für C₁–C₄-Alkyl, Phenyl oder Benzyl, insbesondere für Methyl, Ethyl oder Phenyl.

50 Als Reaktionshilfsmittel für die Verfahren (a) bis (c) kommen im allgemeinen die üblichen anorganischen oder organischen Basen oder Säureakzeptoren in Betracht. Hierzu gehören vorzugsweise Alkalimetall- oder Erdalkalimetall-acetate, -amide, -carbonate, -hydrogencarbonate, -hydride, -hydroxide oder -alkanolate, wie beispielsweise Natrium-, Kalium- oder Calcium-acetat, Lithium-, Natrium-, Kalium- oder Calcium-amid, Natrium-, Kalium- oder Calcium-carbonat, Natrium-, Kalium- oder Calcium-hydrogencarbonat, Lithium-, Natrium-, Kalium- oder Calciumhydrid, Lithium-, Natrium-, Kalium- oder Calcium-hydroxid, Natrium- oder Kalium- methanolat, -ethanolat, -n- oder -i-propanolat, -n-, -i-, -s- oder -t-butanolat; weiterhin auch basische organische Stickstoffverbindungen, wie beispielsweise Trimethylamin, Triethylamin, Tripropylamin, Tributylamin, Ethyl-diisopropylamin, N,N-Dimethyl-cyclohexylamin, Ethyl-dicyclohexylamin, N,N-Dimethyl-anilin, N,N-Dimethyl-benzylamin, Pyridin, 2-Methyl-, 3-Methyl-, 4-Methyl-, 2,4-Dimethyl-, 2,6-Dimethyl-, 3,4-Dimethyl- und 3,5-Dimethyl-pyridin, 5-Ethyl-2-methyl-pyridin, 4-Dimethylamino-pyridin, N-Methyl-piperidin, 1,4-Diazabicyclo[2.2.2]-octan (DABCO), 1,5-Diazabicyclo[4.3.0]non-5-en (DBN), oder 1,8-Diazabicyclo[5.4.0]-undec-7-en (DBU).

55 Als Verdünnungsmittel zur Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahren (a) bis (c) kommen vor allem inerte organische Lösungsmittel in Betracht. Hierzu gehören insbesondere aliphatische, alicyclische oder aromatische, gegebenenfalls halogenierte Kohlenwasserstoffe, wie beispielsweise Benzin, Benzol, Toluol, Xylool, Chlorbenzol, Dichlorbenzol, Petrolether, Hexan, Cyclohexan, Dichlormethan, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff; Ether, wie Diethylether, Diisopropylether, Dioxan, Tetrahydrofuran oder Ethylenglycoldimethyl- oder -diethylether; Ketone, wie Aceton, Butanon oder Methyl-isobutyl-keton; Nitrile, wie Acetonitril, Propionitril oder Butyronitril; Amide, wie N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N-Methyl-formanilid, N-Methyl-pyrrolidon oder Hexamethylphosphorsäuretriamid; Ester wie Essigsäuremethylester oder Essigsäureethylester.

60 Die Reaktionstemperaturen können bei der Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahren (a) bis (c) in einem größeren Bereich variiert werden. Im allgemeinen arbeitet man bei Temperaturen zwischen 0°C und 150°C, vorzugsweise zwischen 10°C und 120°C.

65 Die erfindungsgemäßen Verfahren (a) bis (c) werden im allgemeinen unter Normaldruck durchgeführt. Es ist jedoch auch möglich, die erfindungsgemäßen Verfahren unter erhöhtem oder verminderter Druck – im allgemeinen zwischen 0,1 bar und 10 bar – durchzuführen.

Zur Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahren (a) bis (c) werden die Ausgangsstoffe im allgemeinen in angenehmt äquimolaren Mengen eingesetzt. Es ist jedoch auch möglich, eine der Komponenten in einem größeren Überschuß zu verwenden. Die Umsetzung wird im allgemeinen in einem geeigneten Verdünnungsmittel

tel in Gegenwart eines Reaktionshilfsmittels durchgeführt und das Reaktionsgemisch wird im allgemeinen mehrere Stunden bei der erforderlichen Temperatur gerührt. Die Aufarbeitung wird nach üblichen Methoden durchgeführt (vgl. die Herstellungsbeispiele).

Aus den erfundungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) können gegebenenfalls Salze hergestellt werden. Man erhält solche Salze in einfacher Weise nach üblichen Salzbildungsmethoden, beispielsweise durch Lösen oder Dispergieren einer Verbindung der Formel (I) in einem geeigneten Lösungsmittel, wie z. B. Methylchlorid, Aceton, tert.-Butyl-methylether oder Toluol, und Zugabe einer geeigneten Base. Die Salze können dann – gegebenenfalls nach längerem Röhren – durch Einengen oder Absaugen isoliert werden.

Die erfundungsgemäßen Wirkstoffe können als Defoliants, Desiccants, Krautabtötungsmittel und insbesondere als Unkrautvernichtungsmittel verwendet werden. Unter Unkraut im weitesten Sinne sind alle Pflanzen zu verstehen, die an Orten aufwachsen, wo sie unerwünscht sind. Ob die erfundungsgemäßen Stoffe als totale oder selektive Herbicide wirken, hängt im wesentlichen von der angewendeten Menge ab.

Die erfundungsgemäßen Wirkstoffe können z. B. bei den folgenden Pflanzen verwendet werden:

Dikotyle Unkräuter der Gattungen:

Sinapis, Lepidium, Galium, Stellaria, Matricaria, Anthemis, Galinsoga, Chenopodium, Urtica, Senecio, Amaranthus, Portulaca, Xanthium, Convolvulus, Ipomoea, Polygonum, Sesbania, Ambrosia, Cirsium, Carduus, Sonchus, Solanum, Rorippa, Rotala, Lindernia, Lamium, Veronica, Abutilon, Emex, Datura, Viola, Galeopsis, Papaver, Centaurea, Trifolium, Ranunculus, Taraxacum.

Dikotyle Kulturen der Gattungen:

Gossypium, Glycine, Beta, Daucus, Phaseolus, Pisum, Solanum, Linum, Ipomoea, Vicia, Nicotiana, Lycopersicon, Arachis, Brassica, Lactuca, Cucumis, Cucurbita.

Monokotyle Unkräuter der Gattungen:

Echinochloa, Setaria, Panicum, Digitaria, Phleum, Poa, Festuca, Eleusine, Brachiaria, Lolium, Bromus, Avena, Cyperus, Sorghum, Agropyron, Cynodon, Monochoria, Fimbristylis, Sagittaria, Eleocharis, Scirpus, Paspalum, Ischaemum, Sphenoclea, Dactyloctenium, Agrostis, Alopecurus, Apera.

Monokotyle Kulturen der Gattungen:

Oryza, Zea, Triticum, Hordeum, Avena, Secale, Sorghum, Panicum, Saccharum, Ananas, Asparagus, Allium.

Die Verwendung der erfundungsgemäßen Wirkstoffe ist jedoch keineswegs auf diese Gattungen beschränkt, sondern erstreckt sich in gleicher Weise auch auf andere Pflanzen.

Die Verbindungen eignen sich in Abhängigkeit von der Konzentration zur Totalunkrautbekämpfung z. B. auf Industrie- und Gleisanlagen und auf Wegen und Plätzen mit und ohne Baumbewuchs. Ebenso können die Verbindungen zur Unkrautbekämpfung in Dauerkulturen, z. B. Forst, Ziergehölz-, Obst-, Wein-, Citrus-, Nuß-, Bananen-, Kaffee-, Tee-, Gummi-, Ölbaum-, Kakao-, Beerenfrucht- und Hopfenanlagen, auf Zier- und Sportrasen und Weideflächen und zur selektiven Unkrautbekämpfung in einjährigen Kulturen eingesetzt werden.

Die erfundungsgemäßen Verbindungen der Formel (I) eignen sich insbesondere zur selektiven Bekämpfung von monokotylen und dikotylen Unkräutern in monokotylen Kulturen sowohl im Vorauflauf- als auch im Nachauflauf-Verfahren.

Die Wirkstoffe können in die üblichen Formulierungen übergeführt werden, wie Lösungen, Emulsionen, Spritzpulver, Suspensionen, Pulver, Stäubemittel, Pasten, lösliche Pulver, Granulate, Suspensions-Emulsions-Konzentrate, Wirkstoff-imprägnierte Natur- und synthetische Stoffe sowie Feinstverkapselungen in polymeren Stoffen.

Diese Formulierungen werden in bekannter Weise hergestellt, z. B. durch Vermischen der Wirkstoffe mit Streckmitteln, also flüssigen Lösungsmitteln und/oder festen Trägerstoffen, gegebenenfalls unter Verwendung von oberflächenaktiven Mitteln, also Emulgiermitteln und/oder Dispergiermitteln und/oder Schaumerzeugenden Mitteln.

Im Falle der Benutzung von Wasser als Streckmittel können z. B. auch organische Lösungsmittel als Hilfslösungsmittel verwendet werden. Als flüssige Lösungsmittel kommen im wesentlichen in Frage: Aromaten, wie Xylool, Toluol, oder Alkylnaphthaline, chlorierte Aromaten und chlorierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Chlorbenzole, Chlorethylen oder Methylchlorid, aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Cyclohexan oder Paraffine, z. B. Erdölfractionen, mineralische und pflanzliche Öle, Alkohole, wie Butanol oder Glykol sowie deren Ether und Ester, Ketone wie Aceton, Methylethylketon, Methylisobutylketon oder Cyclohexanon, stark polare Lösungsmittel, wie Dimethylformamid und Dimethylsulfoxid, sowie Wasser.

Als feste Trägerstoffe kommen in Frage: z. B. Ammoniumsalze und natürliche Gesteinsmehle, wie Kaoline, Tonerde, Talkum, Kreide, Quarz, Attapulgit, Montmorillonit oder Diatomeenerde und synthetische Gesteinsmehle, wie hochdisperse Kieselsäure, Aluminiumoxid und Silikate, als feste Trägerstoffe für Granulate kommen in Frage: z. B. gebrochene und fraktionierte natürliche Gesteine wie Calcit, Marmor, Bims, Sepiolith, Dolomit sowie synthetische Granulate aus anorganischen und organischen Mehlen sowie Granulate aus organischem Material wie Sägemehl, Kokosnußschalen, Maiskolben und Tabakstengeln; als Emulgier- oder schaumerzeugende Mittel kommen in Frage: z. B. nichtionogene und anionische Emulgatoren, wie Polyoxyethylen-Fettsäure-Ester, Polyoxyethylen-Fettalkohol-Ether, z. B. Alkylarylpolyglykolether, Alkylsulfonate, Arylsulfonate sowie Eiweißhydrolysate; als Dispergiermittel kommen in Frage: z. B. Lignin-Sulfatblaugen und Methylcellulose.

Es können in den Formulierungen Haftmittel wie Carboxymethylcellulose, natürliche und synthetische pulvri ge, körnige oder latexförmige Polymere verwendet werden, wie Guinmiarabicum, Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat, sowie natürliche Phospholipide, wie Kephaline und Lecithine und synthetische Phospholipide. Weitere Additive können mineralische und vegetabile Öle sein.

Es können Farbstoffe wie anorganische Pigmente, z. B. Eisenoxid, Titanoxid, Ferrocyanblau und organische Farbstoffe, wie Alizarin-, Azo- und Metallphthalocyaninfarbstoffe und Spurenährstoffe wie Salze von Eisen,

DE 196 16 362 A1

Mangan, Bor, Kupfer, Kobalt, Molybdän und Zink verwendet werden.

Die Formulierungen enthalten im allgemeinen zwischen 0,1 und 95 Gewichtsprozent Wirkstoff, vorzugsweise zwischen 0,5 und 90%.

Die erfundungsgemäßen Wirkstoffe können als solche oder in ihren Formulierungen auch in Mischung mit bekannten Herbiziden zur Unkrautbekämpfung Verwendung finden, wobei Fertigformulierungen oder Tankmischungen möglich sind.

Für die Mischungen kommen bekannte Herbizide in Frage, beispielsweise Anilide, wie z. B. Diflufenican und Propanil; Arylcarbonsäuren, wie z. B. Dichlorpicolinsäure, Dicamba und Picloram; Aryloxyalkansäuren, wie z. B. 2,4-D, 2,4-DB, 2,4-DP, Fluroxypyr, MCPA, MCPP und Triclopyr; Aryloxy-phenoxy-alkansäureester, wie z. B. 10 Diclofop-methyl, Fenoxaprop-ethyl, Fluazifop-butyl, Haloxifop-methyl und Quizalofop-ethyl; Azinone, wie z. B. Chloridazon und Norfurazon; Carbamate, wie z. B. Chlorpropham, Desmedipham, Phenmedipham und Propachlor; Chloracetanilide, wie z. B. Alachlor, Acetochlor, Butachlor, Metazachlor, Metolachlor, Pretilachlor und Propachlor; Dinitroaniline, wie z. B. Oryzalin, Pendimethalin und Trifluralin; Diphenylether, wie z. B. Acifluorfen, Bifenox, Fluoroglycofen, Fomesafen, Halosafen, Lactofen und Oxyfluorfen; Harnstoffe, wie z. B. Chlortoluron, Diuron, Fluometuron, Isoproturon, Linuron und Methabenzthiazuron; Hydroxylamine, wie z. B. Alloxydim, Clethodim, Cycloxydim, Sethoxydim und Tralkoxydim; Imidazolinone, wie z. B. Imazethapyr, Imazamethabenz, Imazapyr und Imazaquin; Nitrile, wie z. B. Bromoxynil, Dichlobenil und Ioxynil; Oxyacetamide, wie z. B. Mefenacet; Sulfonylharnstoffe, wie z. B. Amidosulfuron, Bensulfuron-methyl, Chlorimuron-ethyl, Chlorsulfuron, Cinosulfuron, Metsulfuronmethyl, Nicosulfuron, Primisulfuron, Pyrazosulfuron-ethyl, Thifensulfuron-methyl, Triasulfuron und Tribenuron-methyl; Thiolcarbamate, wie z. B. Butylate, Cycloate, Diallate, EPTC, Esprocarb, Molinate, Prosulfocarb, Thiobencarb und Triallate; Triazine, wie z. B. Atrazin, Cyanazin, Simazin, Simetryne, Terbutryne und Terbutylazin; Triazinone, wie z. B. Hexazinon, Metamitron und Metribuzin; Sonstige, wie z. B. Aminotriazol, Benfuresate, Bentazone, Cinmethylin, Clomazone, Clopyralid, Difenzoquat, Dithiopyr, Ethofumesate, Fluorochloridone, Glufosinate, Glyphosate, Isoxaben, Pyridate, Quinchlorac, Quinmerac, Sulphosate und Tridiphane.

Auch eine Mischung mit anderen bekannten Wirkstoffen, wie Fungiziden, Insektiziden, Akariziden, Nematiziden, Schutzstoffen gegen Vogelfraß, Pflanzennährstoffen und Bodenstruktur-verbesserungsmitteln ist möglich.

Die Wirkstoffe können als solche, in Form ihrer Formulierungen oder den daraus durch weiteres Verdünnen bereiteten Anwendungsformen, wie gebrauchsfertige Lösungen, Suspensionen, Emulsionen, Pulver, Pasten und Granulate angewandt werden. Die Anwendung geschieht in üblicher Weise, z. B. durch Gießen, Spritzen, 30 Sprühen, Streuen.

Die erfundungsgemäßen Wirkstoffe können sowohl vor als auch nach dem Auflaufen der Pflanzen appliziert werden. Sie können auch vor der Saat in den Boden eingearbeitet werden.

Die angewandte Wirkstoffmenge kann in einem größeren Bereich schwanken. Sie hängt im wesentlichen von der Art des gewünschten Effektes ab. Im allgemeinen liegen die Aufwandsmengen zwischen 1 g und 10 kg 35 Wirkstoff pro Hektar Bodenfläche, vorzugsweise zwischen 5 g und 5 kg pro ha.

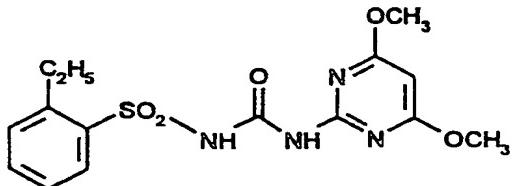
Die Herstellung und die Verwendung der erfundungsgemäßen Wirkstoffe geht aus den nachfolgenden Beispielen hervor.

Herstellungsbeispiele

40

Beispiel 1

45



50

(Verfahren b)

55

8,0 g (0,02 Mol) 2-Ethyl-benzolsulfonamid werden portionsweise unter Rühren zu einer Mischung aus 3,7 g (0,02 Mol) N,N-Bis-phenoxykarbonyl-2-amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin, 5 g Kalium-t-butylat und 80 ml Acetonitril gegeben, die Reaktionsmischung wird ca. 3 Stunden bei 20° C bis 35° C gerührt und dann im Wasserstrahlvakuum eingeengt. Der Rückstand wird mit jeweils ca. 5 ml Wasser, 2N-Salzsäure und Ethanol verrührt und das kristalline Produkt dann durch Absaugen isoliert.

60

Man erhält 5,9 g (81% der Theorie) N-(2-Ethyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-harnstoff vom Schmelzpunkt 155° C.

Analog Herstellungsbeispiel 1 sowie entsprechend der allgemeinen Beschreibung der erfundungsgemäßen Herstellungsverfahren können beispielsweise auch die folgenden Verbindungen der Formel (I) hergestellt werden:

65

Beispiel 2

N-(2-n-Propyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-harnstoff vom Schmelzpunkt 164° C und

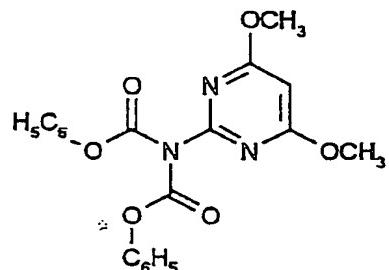
Beispiel 3

N-(2-i-Propyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-harnstoff vom Schmelzpunkt 181°C.

Ausgangsstoffe der Formel (V)

5

Beispiel (IV-1)



10

15

20

70 g (0,45 Mol) Chlorameisensäure-phenylester werden zu einer Mischung aus 31 g (0,20 Mol) 2-Amino-4,6-di-methoxy-pyrimidin und 100 ml Pyridin gegeben, die Reaktionsmischung wird ca. 15 Stunden bei 20°C bis 50°C gerührt und anschließend im Wasserstrahlvakuum eingeengt. Der Rückstand wird in Wasser aufgenommen, mit 2N-Salzsäure angesäuert und abgesaugt.

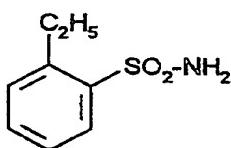
25

Man erhält 25,3 g (32% der Theorie) N,N-Bis-phenoxykarbonyl-2-amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin vom Schmelzpunkt 143°C.

Ausgangsstoffe der Formel (V)

30

Beispiel (V-1)



35

40

Eine Lösung von 28 g (0,137 Mol) 2-Ethyl-benzolsulfochlorid in 50 ml Petrolether wird zu 100 ml Ammoniakwasser gegeben und die Mischung wird ca. 60 Minuten bei Raumtemperatur (ca. 20°C) gerührt. Das kristallin angefallene Produkt wird dann durch Absaugen isoliert.

45

Man erhält 18 g (71% der Theorie) 2-Ethyl-benzolsulfonamid vom Schmelzpunkt 128°C.

Anwendungsbeispiele

Beispiel A

50

Pre-emergence-Test

Lösungsmittel: 5 Gewichtsteile Aceton

55

Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkylarylpolyglykolether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Samen der Testpflanzen werden in normalen Boden ausgesät. Nach ca. 24 Stunden wird der Boden mit der Wirkstoffzubereitung begossen. Dabei hält man die Wassermenge pro Flächeneinheit zweckmäßigerweise konstant. Die Wirkstoffkonzentration in der Zubereitung spielt keine Rolle, entscheidend ist nur die Aufwandsmenge des Wirkstoffs pro Flächeneinheit.

60

Nach drei Wochen wird der Schädigungsgrad der Pflanzen boniert in % Schädigung im Vergleich zur Entwicklung der unbehandelten Kontrolle.

Es bedeuten:

65

0% = keine Wirkung (wie unbehandelte Kontrolle)

100% = totale Vernichtung

In diesem Test zeigen beispielsweise die Verbindungen gemäß den Herstellungsbeispielen starke Wirkung gegen Unkräuter.
 "ai." = active ingredient = Wirkstoff

5

Beispiel B

Post-emergence-Test

Lösungsmittel: 5 Gewichtsteile Aceton

10 Emulgator: 1 Gewichtsteil Alkyarylpoliglykolether

Zur Herstellung einer zweckmäßigen Wirkstoffzubereitung vermischt man 1 Gewichtsteil Wirkstoff mit der angegebenen Menge Lösungsmittel, gibt die angegebene Menge Emulgator zu und verdünnt das Konzentrat mit Wasser auf die gewünschte Konzentration.

Mit der Wirkstoffzubereitung spritzt man Testpflanzen, welche eine Höhe von 5—15 cm haben, so daß die jeweils gewünschten Wirkstoffmengen pro Flächeneinheit ausgebracht werden. Die Konzentration der Spritzbrühe wird so gewählt, daß in 1000 l Wasser/ha die jeweils gewünschten Wirkstoffmengen ausgebracht werden.

Nach drei Wochen wird der Schädigungsgrad der Pflanzen bonitiert in % Schädigung im Vergleich zur Entwicklung der unbehandelten Kontrolle.

Es bedeuten:

20 0% = keine Wirkung (wie unbehandelte Kontrolle)

100% = totale Vernichtung

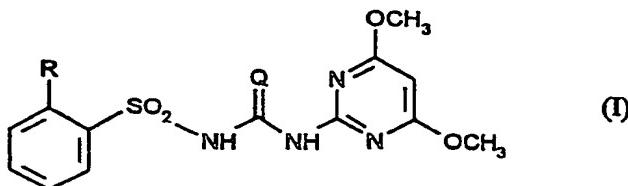
In diesem Test zeigen beispielsweise die Verbindungen gemäß den Herstellungsbeispielen bei guter Verträglichkeit gegenüber Kulturpflanzen, wie z. B. Weizen, sehr starke Wirkung gegen Unkräuter.

25

Patentansprüche

1. N-(2-Alkyl-phenylsulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)-(thio)harnstoffe der Formel (I),

30



40

in welcher

Q für Sauerstoff oder Schwefel steht und

R für Ethyl, n-Propyl oder i-Propyl steht, sowie Salze von Verbindungen der Formel (I).

45

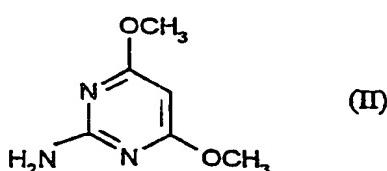
2. Die Lithium-, Natrium-, Kalium-, Magnesium-, Calcium-, Ammonium-, C₁—C₄-Alkyl-ammonium-, Di-(C₁—C₄-alkyl)-ammonium-, Tri-(C₁—C₄-alkyl)-ammonium-, Tetra-(C₁—C₄-alkyl)-ammonium-, Tri-(C₁—C₄-alkyl)-sulfonium-, C₅- oder C₆-Cycloalkyl-ammonium- und Di-(C₁—C₂-alkyl)-benzyl-ammonium-Salze von Verbindungen der Formel (I) gemäß Anspruch 1.

50

3. Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel (I) und deren Salzen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man

(a) 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin der Formel (II)

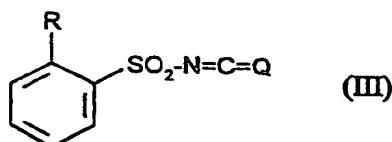
55



60

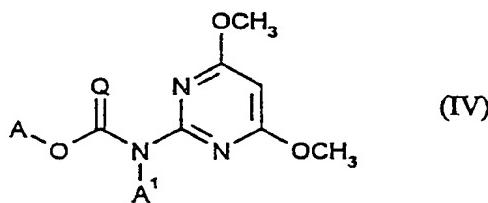
mit 2-Alkyl-phenylsulfonyl-iso-(thio)cyanaten der allgemeinen Formel (III)

65



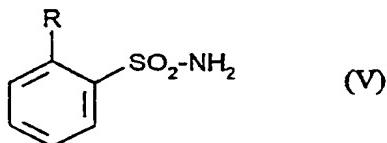
in welcher
 Q und R die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung haben,
 gegebenenfalls in Gegenwart eines Reaktionshilfsmittels und gegebenenfalls in Gegenwart eines Ver-
 dünnungsmittels umsetzt,
 oder daß man
 (b) substituierte Aminopyrimidine der allgemeinen Formel (IV)
 in welcher

5



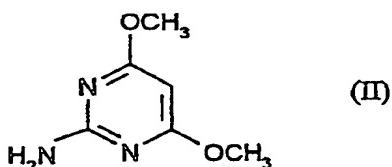
Q die oben angegebene Bedeutung hat,
 A für Alkyl, Aryl oder Arylalkyl steht und
 A' für Wasserstoff oder die Gruppierung $-C(Q)-O-A$ steht,
 mit 2-Alkyl-benzolsulfonamiden der allgemeinen Formel (V)

20



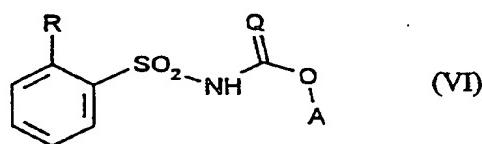
in welcher
 R die oben angegebene Bedeutung hat,
 gegebenenfalls in Gegenwart von Reaktionshilfsmitteln und/oder Verdünnungsmitteln umsetzt,
 oder daß man
 (c) 2-Amino-4,6-dimethoxy-pyrimidin der Formel (II)

35



mit substituierten 2-Alkyl-benzolsulfonamiden der allgemeinen Formel (VI)

45



in welcher
 A, Q und R die oben angegebene Bedeutung haben,
 gegebenenfalls in Gegenwart eines Reaktionshilfsmittels und gegebenenfalls in Gegenwart eines Ver-
 dünnungsmittels umsetzt,
 und gegebenenfalls die nach den Verfahren (a), (b) und (c) erhaltenen Verbindungen der Formel (I) nach
 üblichen Methoden in Salze überführt.

60

4. Herbizide Mittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an mindestens einer Verbindung der Formel (I) oder
 einem ihrer Salze gemäß Anspruch 1.
 5. Verwendung von Verbindungen der allgemeinen Formel (I) oder deren Salzen gemäß Anspruch 1 zur
 Bekämpfung von unerwünschtem Pflanzenwachstum.
 6. Verfahren zur Bekämpfung von Unkräutern, dadurch gekennzeichnet, daß man Verbindungen der
 allgemeinen Formel (I) oder deren Salze gemäß Anspruch 1 auf die Unkräuter oder ihren Lebensraum

65

einwirken läßt.

7. Verfahren zur Herstellung von herbiziden Mitteln, dadurch gekennzeichnet, daß man Verbindungen der allgemeinen Formel (I) oder deren Salze gemäß Anspruch 1 mit Streckmitteln und/oder oberflächenaktiven Mitteln vermischt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65